

MAGNETIC RECORDING MEDIUM

Publication number: JP2139714

Publication date: 1990-05-29

Inventor: MARO TAKESHI; KITAGAMI OSAMU; FUJIWARA HIDEO

Applicant: HITACHI MAXELL

Classification:

- International: G11B5/708; C09D5/23; C09D7/12; C23C14/06; G11B5/64; G11B5/65; G11B5/66; G11B5/738; G11B5/708; C09D5/23; C09D7/12; C23C14/06; G11B5/62; G11B5/64; G11B5/66; (IPC1-7): G11B5/708

- European:

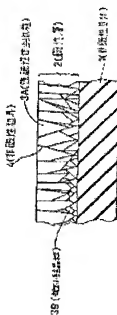
Application number: JP19880272310 19881028

Priority number(s): JP19880107302 19880428; JP19870298371 19871126

[Report a data error here](#)

Abstract of JP2139714

PURPOSE: To obtain a magnetic recording medium having excellent traveling property on a head and durability and high coercive force by providing a magnetic layer comprising a ferromagnetic material having face-centered cubic structure and material selected from C, Si, hydrocarbons and silicon compounds on a nonmagnetic substrate. **CONSTITUTION:** The magnetic layer 2 formed on the nonmagnetic substrate 1 comprises acicular ferromagnetic grains 3A having face-centered cubic structure which almost perpendicularly stand on the substrate. The nonmagnetic material 4 with is at least one kind selected from C, Si, hydrocarbon compd. and silicon compd. precipitates in the intergranular area of the acicular ferromagnetic grains. In the interface area between the ferromagnetic grains 3A and the substrate, fine crystalline grains of ferromagnetic metal 3B appear. The obt. medium shows high coercive force because the nonmagnetic material 4 containing carbon, Si, hydrocarbon compd. and/or silicon compd. surround the ferromagnetic material or precipitate in the intergranular area of the ferromagnetic grains. Thereby, the medium has proper coercive force as a magnetic recording medium and superior durability.



Family list**8 family members for: JP2139714**

Derived from 5 applications

[Back to JP213](#)**1 Magnetic recording medium.****Inventor:** MARO TSUYOSHI (JP); KITAKAMI OSAMU **Applicant:** HITACHI MAXELL (JP)

(JP); (+1)

EC: G11B5/73**IPC:** G11B5/73; G11B5/62; (IPC1-7): G11B5/704
(+1)**Publication info:** DE3854990D D1 - 1996-03-21**2 Magnetic recording medium.****Inventor:** MARO TSUYOSHI (JP); KITAKAMI OSAMU **Applicant:** HITACHI MAXELL (JP)

(JP); (+1)

EC: G11B5/73**IPC:** G11B5/73; G11B5/62; (IPC1-7): G11B5/704
(+1)**Publication info:** DE3854990T T2 - 1996-06-13**3 Magnetic recording medium.****Inventor:** MARO TSUYOSHI; KITAKAMI OSAMU; **Applicant:** HITACHI MAXELL (JP)

(JP); (+1)

EC: G11B5/73**IPC:** G11B5/73; G11B5/62; (IPC1-7): G11B5/64
(+1)**Publication info:** EP0318004 A2 - 1989-05-31**EP0318004 A3** - 1990-10-10**EP0318004 B1** - 1996-02-07**4 MAGNETIC RECORDING MEDIUM****Inventor:** MARO TAKESHI; KITAGAMI OSAMU; **Applicant:** HITACHI MAXELL

(JP); (+1)

EC:**IPC:** G11B5/708; C09D5/23; C09D7/12 (+13)**Publication info:** JP2139714 A - 1990-05-29**JP2684201B2 B2** - 1997-12-03**5 MAGNETIC RECORDING MEDIUM****Inventor:** MARO TSUYOSHI (JP); KITAKAMI OSAMU **Applicant:** HITACHI MAXELL (JP)

(JP); (+1)

EC: G11B5/73**IPC:** G11B5/73; G11B5/62; (IPC1-7): B32B9/00**Publication info:** US5068152 A - 1991-11-26

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

⑩ 公開特許公報 (A) 平2-139714

⑫ Int. Cl. ⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)5月29日

G 11 B 5/708

7350-5D

審査請求 未請求 請求項の数 29 (全18頁)

⑭ 発明の名称 磁気記録媒体

⑮ 特 願 昭63-272310

⑯ 出 願 昭63(1988)10月28日

優先権主張 ⑰ 昭62(1987)11月26日 ⑱ 日本 (J P) ⑲ 特願 昭62-298371

⑳ 昭63(1988)4月28日 ㉑ 日本 (J P) ㉒ 特願 昭63-107302

⑳ 発 明 者 鷹 毅 大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社
内
㉑ 発 明 者 北 上 修 大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社
内
㉒ 発 明 者 藤 原 英 夫 大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社
内
㉓ 出 願 人 日立マクセル株式会社 大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号
㉔ 代 理 人 弁理士 堀山 信是 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

磁気記録媒体

2. 特許請求の範囲

(1) 面心立方構造を有する強磁性体と、炭素、

S i、炭化水素化合物および有機シリコン化合物からなる群から選択される少なくとも一種類の物質とからなる磁性層を有することを特徴とする磁気記録媒体。

(2) 面心立方構造を有する強磁性体が N i または N i 基合金である請求項1記載の磁気記録媒体。

(3) N i 基合金は、N i 含有量が30at%以上であることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体。

(4) 磁性層中の炭素原子および/または S i 原子の含有率が2at%以上30at%以下の範囲内であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(5) 炭化水素化合物および有機シリコン化合物はそれぞれポリマーであることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(6) 面心立方構造を有する強磁性体の N i または N i 基合金は針状であることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体。

(7) 前記磁性層の上に更に、固体保護膜が設けられ、かつ、その上に脂肪族系またはフッ素系潤滑剤が設けられていることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(8) 固体保護層は炭素、ホウ素、チタン、ジルコニウム、ケイ素、ホウ素炭化物、ケイ素酸化物、ホウ素窒化物、ケイ素窒化物またはケイ素酸化物から構成されていることを特徴とする請求項7記載の磁気記録媒体。

(9) 脂肪族系潤滑剤を形成する脂肪族系潤滑剤が、脂肪酸、脂肪酸金属塩、脂肪酸アルコール、脂肪酸アミドおよび脂肪酸エステルからなる群から選択されることを特徴とする請求項7記載の磁気記録媒体。

(10) フッ素系潤滑剤を形成するフッ素系潤滑剤はフロロカーボン系潤滑剤であることを特徴とする請求項7記載の磁気記録媒体。

(11)面心立方構造を有する強磁性体と、炭素、 Si 、炭化水素化合物および有機シリコン化合物からなる群から選択される少なくとも一種類の物質とからなる磁性層と非磁性基体との間に中間層が設けられていることを特徴とする磁気記録媒体。

(12)面心立方構造を有する強磁性体が Ni または Ni 基合金であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(13) Ni 基合金は、 Ni 含有量が30at%以上であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(14)炭化水素化合物および有機シリコン化合物はそれぞれポリマーであることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(15)磁性層中の炭素原子および/または Si 原子の含有率が2at%以上30at%以下の範囲内であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(16)面心立方構造を有する強磁性体の Ni または Ni 基合金は針状であることを特徴とする請求項

1記載の磁気記録媒体。

(17)中間層は、磁性層との界面における格子定数が、その上に設けられる磁性層内の針状 Ni もしくは針状 Ni 基合金の、中間層との界面における格子定数との差が3.5%以内である物質からなることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(18)中間層は Ti 、 Sc 、 Zr 、 Ta 、 Ni 、 Ni 合金、周期率表Ⅵ族の第5、第6周期および周期率表Ⅶ族の元素からなる群から選択されることを特徴とする請求項1または17記載の磁気記録媒体。

(19)少なくとも、

(a)面心立方構造を有する強磁性体；

(b)該強磁性体の炭化物および/またはシリコン化合物；の他に、

(c)アモルファス状カーボンおよび/またはアモルファス状シリコン；および/または

(d)炭化水素化合物および/または有機シリコン化合物；

を含有する磁性層を有する磁気記録媒体。

(20)面心立方構造を有する強磁性体が Ni または Ni 基合金であることを請求項1記載の磁気記録媒体。

(21) Ni 基合金は、 Ni 含有量が30at%以上であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(22)磁性層中の炭素原子および/または Si 原子の含有率が2at%以上30at%以下の範囲内であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体。

(23)少なくとも、

(a)面心立方構造を有する強磁性体；

(b)該強磁性体の炭化物および/またはシリコン化合物；の他に、

(c)アモルファス状カーボンおよび/またはアモルファス状シリコン；および/または

(d)炭化水素化合物および/または有機シリコン化合物；

を含有する磁性層と、非磁性基体との間に中間層が設けられていることを特徴とする磁気記録媒体。

(24)面心立方構造を有する強磁性体が Ni または

Ni 基合金である請求項2記載の磁気記録媒体。

(25) Ni は針状である請求項2記載の磁気記録媒体。

(26) Ni 基合金は、 Ni 含有量が30at%以上であることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体。

(27)磁性層中の炭素原子および/または Si 原子の含有率が2at%以上30at%以下の範囲内であることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体。

(28)中間層は、磁性層との界面における格子定数が、その上に設けられる磁性層内の針状 Ni もしくは針状 Ni 基合金の、中間層との界面における格子定数との差が3.5%以内である物質からなることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体。

(29)中間層は Ti 、 Sc 、 Zr 、 Ta 、 Ni 、 Ni 合金、周期率表Ⅵ族の第5、第6周期および周期率表Ⅶ族の元素からなる群から選択されることを特徴とする請求項2または28記載の磁気記録媒体。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は磁気記録媒体に関する。更に詳細には、本発明は磁気特性および耐久性が向上された磁気記録媒体に関する。

〔従来技術〕

磁気記録媒体の高密度記録化を図る一手段として、バインダを使用しない強磁性薄膜型媒体が、磁気記録用媒体として実用化されるか、もしくは、実用化に向け研究がなされている。

強磁性薄膜としては、 CoNi 、 CoCr などの強磁性金属薄膜もしくは、 γ 酸化鉄あるいは BaFe などの酸化物薄膜が用いられている。

〔発明が解決しようとする課題〕

一般に、強磁性金属薄膜を用いた媒体は耐食性が悪く、特に薄膜化したときに大きな問題となる。また、金属薄膜媒体はヘッドのスライダ、コア材に用いるフェライトや他のセラミックスに比べて柔らかい。一度傷が入ると大きく成長するとい

う問題がある。

一方、酸化物薄膜媒体では、酸化物強磁性体が強磁性金属に比べて飽和磁化が小さいため、薄膜化したとき、出力が強磁性金属媒体に比べて小さくなる問題がある。

また、酸化物薄膜媒体は、硬く、かつ、剛性が高いため、高分子フィルム基板上に成形したときは、ヘッドとの摺動時にできる小さな媒体の折れでも傷が入り易く、また、リジッドな基板に形成し、ハードディスクとして使用したときは、媒体の硬さのため、ヘッドクラッシュを起こし易い。

このような、強磁性金属もしくは強磁性酸化物薄膜を用いる、いわゆる、連続薄膜型媒体の機械的耐久性、特に、ヘッド摺動時の耐久性を改善するため、強磁性体为非磁性基体上に柱状に成長させ、その隙間を有機ポリマーで埋めた複合膜を記録磁性層として用いることが特公昭57-3137号公報に開示されている。

しかし、前記公報に教示されているように有機ポリマーと強磁性体とを同時にペーパータン

ンしただけでは、磁気記録媒体として望ましい保磁力を有する複合磁性層が得られなかった。

この発明は上記従来技術が持っていた連続薄膜型媒体の低耐久力および複合型媒体の低保磁力という欠点を解決し、以て磁気記録媒体として適する保磁力を持ち、また、耐久性に優れた磁気記録媒体を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者らが長年にわたり広範な実験と試作を続けた結果、面心立方構造を有する強磁性体と、炭素、Si、炭化水素化合物および有機シリコン化合物からなる群から選択される少なくとも一種類の物質とからなる磁性層が高保磁力を示し、かつ、耐久性にも優れていることが発見された。

この媒体では、強磁性体の周囲を炭素、Si、炭化水素化合物および/またはシリコン化合物を含む非磁性物が包囲するか、もしくは強磁性体粒の粒界に析出することにより高保磁力になるものと思われる。

磁性層中の炭素原子および/またはSi原子の

含有率は2at%以上30at%以下の範囲内であることが好ましい。炭化水素化合物および/またはシリコン化合物として含有されている場合にも、前記のように炭素原子および/またはシリコン原子に換算して含有率を規定する。炭素、Si、炭化水素化合物およびシリコン化合物の全てが磁性層中に含まれる場合、これらの全体の炭素原子およびシリコン原子含有率が前記範囲内に収まる必要がある。2at%未満では保磁力が小さすぎ、また、30at%超では非磁性体となるか、または、軟磁性体となってしまい好ましくない。

この際、磁性層と非磁性基体との間に特定の中間層を設けることにより保磁力が更に一層向上されることも発見された。

また、少なくとも、(a)面心立方構造を有する強磁性体；(b)強磁性体の炭化物および/またはシリコン化合物；他に、(c)アモルファス状カーボンおよび/またはアモルファス状シリコン；および/または(d)炭化水素化合物および/または有機シリコン化合物；を含有する磁性層によ

でも高保磁力で、しかも、高耐久性の磁気記録媒体が得られる。この磁性層中の炭素原子および／またはSi原子の含有率が2at%以上30at%以下の範囲内であることが好ましい。

Fe、Co、Niなどは炭化物あるいはシリコン化物を作ると硬度が増大する。そのため、媒体中に炭化物および／またはシリコン化物が混在することにより、平均として硬さが増大し、機械的耐久性が連続研磨のときに比べて改善されるものと思われる。

この場合にも、磁性層と非磁性基体との間に特定の中間層を設けることにより保磁力は一層向上される。

前記磁性層は面心立方構造を有する強磁性体と、炭素原子、シリコン原子、炭化水素系有機ポリマーおよびシリコン系有機ポリマーからなる群から選択される少なくとも一種の物質とを同時ペーパーデポジションすることにより作製できる。

ペーパーデポジション法としては、真空蒸着法、スパッタ法、イオンプレーティング法、RFイオ

ンプレーティング法、イオン・クラスター・ビーム法、プラズマ重合法、化学的気相成長法などがある。炭素原子および／またはシリコン原子を蒸着する場合にはスパッタ法を使用することが特に好ましい。

本発明の磁気記録媒体で使用できる有機ポリマーとしては、有機重合体、即ち合成樹脂重合体の他、これらの重合により生成する重合性モノマー、オリゴマーを含む。具体的には、ヒドロキシエチルアクリレート、ヘキサングオールジアクリレート、メチル-α-クロロアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ジベンチオールヘキサアクリレート、トリメチロールプロパントリジェチレングリコールアクリレート、ウレタンアクリレートなどのアクリル系モノマー或はオリゴマーなど紫外線、電子線硬化型樹脂、或は、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリカーボネイト、ポリアミド、ポリイミド、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリテ

トラフロロエチレンのようなフッ素系ポリマー、シリコン油などのシリコン系ポリマーなどがあげられる。ポリマーはアルキル類の側鎖に金属、OH、ハロゲン、アルキル等の他の官能基を有することもある。別法として、有機ポリマーは予めガス化し、ガスとして導入し、基体上で重合させてもよい。蒸着に使用された重合体は、蒸着の際に分解され、低分子量ポリマーに変化することもある。従って、蒸着に使用された重合体と磁性膜中に存在する有機ポリマーとは原子あるいは分子組成の点で一致しない場合もあり得る。

本発明の磁気記録媒体の磁性層を形成する面心立方構造を有する強磁性体としてはNiまたはNi基合金を使用することが好ましい。このNiは、単体および合金の何れの場合にも、針状であることが好ましい。

Ni基合金とは、Ni含有量が30at%以上のものをさす。Ni含有量が30at%以下では、磁気記録媒体の記録磁性層中で磁性NiもしくはNi基合金の磁気的分離を招いている非磁性体の量

が少なくなるため十分な磁気的分離が行われなくなり、望ましい保磁力が得られなくなる。

Ni基合金の種類としてはNi-Fe、Ni-Co、Ni-Fe-Co、Ni-Mn、Ni-V、Ni-TiなどのNi以外の遷移金属との合金、Ni希土類金属との合金、またSi、Geなどを含んだ合金その他、部分的に酸化、チタ化、リン化されたNi、Ni基合金などがある。

本発明により得られる磁性層は、主に、強磁性体および強磁性体の炭化物および／またはシリコン化合物の他に、アモルファス状カーボンおよび／またはアモルファス状シリコンおよび／または炭化水素化合物および／または有機シリコン化合物からなり、XPS（光電子分光分析）法により分析できる。

本発明の磁気記録媒体は、磁性層中にアモルファス状カーボンおよび／またはアモルファス状シリコンおよび／または炭化水素化合物および／または有機シリコン化合物を含有するの、摩擦係数が小さくなる。特に、C、Siを導入するのに

ポリマーを使用すると、磁性層中のポリマーが自己潤滑作用を示し、連続媒体およびC、Siを単体の原子として導入したときより摩擦係数は小さくなる。

本発明の磁気記録媒体において使用することのできる中間層は、磁性層との界面における格子定数が、その上に設けられる磁性層内の針状Niもしくは針状Ni基合金の、中間層との界面における格子定数との差が35%以内である物質からなる。具体的には、中間層はTi、Sc、Zr、Ta、Ni、Ni合金、周期半表族の第5、第6周期の元素（例えば、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt）および周期半表族Ib族の元素（例えば、Cu、Ag、Au）からなる群から選択される。Tiが特に好ましい。

この中間層を設けることにより磁気特性が向上する。特に保磁力が大きくなる原因については未だ解明されていない。しかし、中間層を設けないと、透過型電子顕微鏡で膜断面構造を観察した場合、その磁性層中の基板に近い部分、すなわち、

成長初期の部分は、各粒の粒界部分が明瞭でなく、また、その上部も針状部の境界が明瞭でない。これに対して、中間層を設けると、成長初期の部分から針状部分が明瞭で、かつ、磁性層の厚さ方向全体で針状部分の境界が明瞭になっている。このことより、中間層はその上に形成する磁性層内の針状部の成長を助長しているものと思われる。

Ti、Sc、Zr、Ta、Ni、Ni合金、周期半表族の第5、第6周期の元素（例えば、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt）および周期半表族Ib族の元素（例えば、Cu、Ag、Au）を基板上に形成すると、これらの元素はコラム（柱状）構造を取り、この時のコラム径がその上の磁性層中の針状部の径と近似するので、針状部の成長の核となり、針状部の成長を促進するものと思われる。

本発明の磁気記録媒体における中間層の膜厚自体は本発明の必須要件ではないが、一般的には、50Å～2000Åの範囲内である。50Å未満では針状Niの結晶成長促進効果が不十分になる

恐れがあるので好ましくない。一方、2000Å超になると結晶成長促進効果が飽和するので、厚くするだけ不経済となる。

また、基本的には中間層は合金、化合物、酸化物、窒化物で構成することもできる。

中間層を有する磁気記録媒体を製造する場合、まず、ベーパーデポジション法により非磁性基体上に中間層を形成し、その上にNiまたはNi基合金からなる強磁性体と、CもしくはSiあるいはCとSiまたは有機ポリマーを同時にベーパーデポジションする。

而心立方金属として、Ni、Ni基合金を用いると、Ni自体の耐食性の良さにより、耐食性には優れるが、それにも拘わらず、実環境中で使用すると表面に腐食食物、酸化物、水酸化物、硫化物、塩化物などが形成される。これら腐食食物が形成されるとヘッドの摺動特性が劣化する。そのため、磁性層上に固体保護膜を設けることが望ましい。固体保護膜を設けると、摩擦係数が大きくなるため、固体保護膜の上に潤滑層を設けると

が好ましい。

固体保護膜としてはカーボン、チタン、ケイ素化合物（例えば、酸化ケイ素）、ジルコニウム、ホウ素、ホウ素窒化物（例えば、窒化ホウ素）、ホウ素炭化物（例えば、炭化ホウ素）、ケイ素炭化物（例えば、炭化ケイ素）、ケイ素窒化物（例えば、窒化ケイ素）などの他、磁性層に使用した金属（NiもしくはNi基合金）の化合物、窒化物も使用できる。これらの固体保護膜は、真空蒸着法、スパッタ法、イオンブレーティング法、高周波イオンブレーティング法、化学的気相成長法、プラズマ重合法、などの方法の他、酸化ケイ素は化学反応を用いたスピンコート法、スプレーコート法でも形成できる。

潤滑層を形成するのに使用する潤滑剤としては、脂肪酸系、フッ素系潤滑剤などが使用できる。

脂肪酸系潤滑剤としては、カプリン酸、ステアリン酸、ベヘニン酸、n-ヘントリアコンタン酸などの飽和直鎖脂肪酸、リナール酸、オレイン酸、リノール酸などの不飽和脂肪酸、上記脂肪酸の金

腐蝕(金属石けん)、アルコール、脂肪酸などがある。脂肪酸アミドは、第1級、第2級、第3級、第4級とあるが、いずれも使用できる。また、上記脂肪酸と、一価アルコールや多価アルコールとのエステル(脂肪酸エステル)も使用できる。また、これらの各種潤滑剤を混合して使用してもよい。

フッ素系潤滑剤としてはフロロカーボン系、特に、パーフロロポリエーテルが望ましい。

潤滑剤は、ディップ法、スピンコート法、スプレーコート法、ラングミュア・プロジェクト技法、グラビア印刷法などの湿式法により形成できるし、また、真空蒸着法によっても形成できる。また、VTRテープなどに使用する場合、テープ裏面にあらかじめ潤滑剤の層を形成しておき、リールに巻き取ったときの転写により、表面側に、すなわち、固体保護層の上に潤滑層を形成することもできる。

固体保護層の膜厚は、50 Å以上、潤滑層の膜厚は、10 Å以上が望ましい。また、固体保護層

と、潤滑層を合わせた膜厚は、500 Å以下が望ましい。

固体保護層の膜厚が50 Å以下もしくは、潤滑層の膜厚が10 Å以下では、各層の耐久性が乏しくなり、また、両者の膜厚の和が500 Åを超えるとスレーピング損失が大きくなり望ましくない。

また、潤滑層と、固体保護層間の接着力を上げるため、固体保護層表面部分を酸化もしくはチッ化することが好ましい。

本発明の磁気記録媒体の概念的な断面構造を第1図～第3図に示す。

第1図に示されるように、非磁性基体1の上に磁性層2が形成されている。この磁性層2は基体1からはば垂直に立設された面心立方構造を有する針状強磁性体粒3Aからなり、この針状強磁性体粒間にC、Si、炭素化合物およびシリコン化合物からなる群から選択される少なくとも一種類の非磁性物4が折出ししている。また、前記針状強磁性体粒3Aの基板界面部分には強磁性金属の微小結晶粒3Bが生成されている。

第2図は中間層を有する場合で、非磁性基体上に中間層5が設けられ、この中間層の上に前記と同様な磁性層2が形成されている。図示されているように、中間層5を介して磁性層2を形成すると、第1図と比較すれば明らかなように、磁性層2の底部(成長初期部分)において、第1図のような強磁性金属の微小結晶粒3Bの発生が抑制され、良好な針状結晶3Aが形成される。

第3図は第1図の磁気記録媒体に固体保護層8と潤滑層7が積層された断面図である。

本発明の磁気記録媒体に使用される非磁性基板としては、ポリイミド、ポリエチレンテレフタレート等の高分子フィルム、ガラス類、セラミック、アルミ、陽極酸化アルミ、黄銅などの金属板、Si単結晶板、表面を熱酸化処理したSi単結晶板などがある。この非磁性基板は必要に応じて、平面研磨やテクスチャリング加工を行うためのニッケル・リン系合金層やアルマイト処理層等の下地研磨層を設けることもできる。

また、磁気記録媒体としては、ポリエステルフ

ィルム、ポリイミドフィルムなどの合成樹脂フィルムを基体とする磁気テープや磁気ディスク、合成樹脂フィルム、アルミニウム板およびガラス板等からなる円盤やドラムを基体とする磁気ディスクや磁気ドラムなど、磁気ヘッドと摺接する構造の種々の形態を包含する。

【実施例】

以下実施例により本発明を更に詳細に説明する。

実施例1～6

第4図に示す高周波バック装置を用い、以下に示す条件で、Ni-C(実施例1)、Ni-Si(実施例2)、(NiCo)-C(実施例3)、(NiCo)-Si(実施例4)、(NiFe)-C(実施例5)および(NiFe)-Si(実施例6)の各膜を製作した。

1. ターゲット: (a) Ni

(b) Ni₈₀Co₂₀

(c) Ni₉₀Fe₁₀

(a)～(c)の各ターゲット上には、Arスパッタガスに曝される表面積の比S:S'が1:2と

なるように、 $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ (厚さ 1mm) の C もしくは S i チップを配置した。なお、S は強磁性金属ターゲットの表面積であり、S' は C または S i チップの表面積である。

2. 基板: ガラス

3. スパッタガス及び圧力: A r ガス, 1.0mTorr

4. 投入電力: 1.5kW (13.5MHz)

5. 基板温度: スパッタ前に室温に設定

6. 膜厚: $0.5\mu\text{m}$

実施例 7

第5図に示した真空蒸着装置により N i - C 膜を作製した。N i は電子銃加熱により、また、C はアーク放電法によりそれぞれ真空蒸着した。蒸着条件は以下の通りである。

1. 基板: ガラス

2. 基板温度: 100°C

3. 蒸着レート: N i $2.0\text{\AA}/\text{sec}$
C $5.0\text{\AA}/\text{sec}$

4. 真空度: 蒸着時 $1.0 \times 10^{-5}\text{Torr}$

5. 膜厚: $0.5\mu\text{m}$

実施例 8

第6図に示した真空蒸着装置により N i - S i 膜を作製した。N i および S i は何れも電子銃加熱により真空蒸着した。蒸着条件を下記に示す。

1. 基板: ガラス

2. 基板温度: 100°C

3. 蒸着レート: N i $2.0\text{\AA}/\text{sec}$
S i $3.0\text{\AA}/\text{sec}$

4. 真空度: 蒸着時 $1.5 \times 10^{-5}\text{Torr}$

5. 膜厚: $0.5\mu\text{m}$

前記の実施例 1~8 で得られた各磁気記録媒体の磁気特性を誘磁振動型磁力計により測定し、また、磁性膜組成を X P S 分析法により測定した。測定結果を下記の表 1 に要約して示す。

(以下余白)

表 1

実施例	磁性膜組成	飽和磁化 (G)	保磁力 (Oe)		角 形 比	
			△	▽	△	▽
1	(a)	300	400	100	0.10	0.08
2	(b)	250	350	110	0.09	0.10
3	(c)	350	370	85	0.08	0.15
4	(d)	330	380	80	0.08	0.15
5	(e)	340	330	83	0.07	0.13
6	(f)	335	310	80	0.08	0.12
7	(g)	280	410	110	0.11	0.09
8	(h)	285	430	120	0.12	0.10

(注) 本表中の磁性膜組成において、

(a) は N i₁₀ S i₉₀ 1;

(b) は N i₁₀ S i₈₅ S i₁₅;

(c) は (N i₁₀ S i₇₈ C u_{0.22})_{0.87} C_{0.13};

(d) は (N i₁₀ S i₇₉ C u_{0.21})_{0.85} S i₁₅;

(e) は (N i₁₀ S i₈₆ F e_{0.14})_{0.90} C₁₀;

(f) は (N i₁₀ S i₈₇ F e_{0.13})_{0.88} S i₁₂;

(g) は N i₁₀ S i₈₆ C_{0.14} および

(h) は N i₁₀ S i₈₇ S i₁₃ である。これらの組成は何れも構成原子の原子数比で示されている。

表 1 に示された結果から明かなように、実施

例 1~8 で得られた本発明の各磁気記録媒体は垂直磁気記録媒体であることが理解される。

実施例 9~12

第7図に示した真空蒸着装置により、C および S i をポリマーとして導入し、N i - ポリマー同時蒸着膜を以下の条件で作製した。N i は電子銃加熱により、ポリマーは抵抗加熱により蒸着した。

1. ポリマー: ポリエチレン (実施例 9);

変性ポリエチレン (H の一部を - C O O H および - O H で置換したもの) (実施例 10);

ポリプロピレン (実施例 11);

シリコン油 (実施例 12)

2. 基板: ガラスおよびポリエチレンテレフタレート (PET) フィルム (厚さ: $5.0\mu\text{m}$)

3. 基板温度: 50°C

4. 蒸着レート: N i $2.5\text{\AA}/\text{sec}$
ポリマー $1.0\text{\AA}/\text{sec}$

5. 真空度: 蒸着時 $2.0 \times 10^{-5}\text{Torr}$

前記の実施例 9~12 で得られた各磁気記録

表3

試料	使用ポリマー およびモノマー	樹脂成分 組成	熱処理 温度	熱処理 時間 (h)	保磁力 (Gs)	角 形 比
実施例 3	ポリスチレン	(m)		300 500 120	0.15 0.15 0.08	
実施例 4	ポリスチレン	(n)		305 300 90	0.08 0.10	
実施例 5	ポリスチレン	(o)		305 510 120	0.15 0.08	
実施例 6	ポリスチレン	(p)		285 320 100	0.08 0.10	
実施例 7	ポリスチレン	(q)		310 450 90	0.13 0.10	
実施例 8	ポリスチレン	(r)		305 280 80	0.07 0.11	
実施例 9	ポリスチレン	(s)		300 430 80	0.13 0.10	
実施例 10	ポリスチレン	(t)		308 290 80	0.07 0.12	

(注) 表中の熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (a) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (b) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (c) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (d) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (e) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (f) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (g) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (h) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (i) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (j) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (k) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (l) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (m) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (n) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (o) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (p) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (q) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (r) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (s) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。
 (t) 熱処理温度は、試料の中心部において測定された温度である。

前記の結果より、実施例 13～18 で得られた本発明の各磁気記録媒体は垂直磁気記録媒体であることが確認できる。

また、XPS 分析より、膜中の C は実施例 13 および 14 の磁気記録媒体では (a) NiCo 合金との炭化物と (b) 炭化水素化合物として存在し、実施例 15 および 16 では (a) NiCo 合金との炭化物、(b) 炭化水素化合物と (c) アモルファス状カーボンとして存在していた。

実施例 17～19

前記の実施例 1 および 2 に示した Ni-C 膜と Ni-Si 膜および実施例 9 に示した Ni-ポリエチレン膜を、ポリエチレンテレフタレート (PET) フィルム基板 (厚さ 40 μm) 上に、長さ 5 cm、幅 1 cm の矩形状に各蒸着条件に従って作製した。

比較例 1

第 7 図に示した真空蒸着装置を用いて CoCr 膜を以下の条件で膜厚 0.2 μm の厚さで作製した。CoCr は電子線加熱により蒸着した。
 1. インプット: Co80 Cr20 (wt%)

2. 基板: ポリイミドフィルム (厚さ 40 μm)

(サイズ 5 cm x 1 cm)

3. 蒸着レート: 20 Å/sec

4. 真空度: 5.0×10^{-8} Torr

5. 基板温度: 150℃

比較例 2

第 8 図に示した真空蒸着装置により、比較例 1 と同じように蒸着膜を作製した。ただし、基板上に先ず Cr を 0.05 μm 作製し、その上に CoCr を 0.2 μm 作製した。Cr 蒸着条件は下記の通りである。

1. 蒸着レート: 20 Å/sec

2. 基板温度: 150℃

3. 真空度: 5.0×10^{-8} Torr

比較例 1 および 2 で得られた磁気記録媒体の磁気特性を試料駆動型磁気力計により測定した。測定結果を下記の表 4 に示す。

(以下余白)

表4

試料	熱処理 温度 (°C)	保磁力 (Gs)		角 形 比	
		μ	ρ	μ	ρ
比較例 1	400	500	200	0.20	0.11
比較例 2	410	400	350	0.08	0.82

前記の結果より、比較例 1 および 2 の磁気記録媒体は、CoCr を用いた垂直磁気記録媒体および面内磁気記録媒体であることが理解される。

実施例 17～19、比較例 1 および 2 で得られた各磁気記録媒体の走行性および耐久性を、ステンレス製ピン (φ4, 表面粗さ ± 2000 の研削材で研削) に荷重 20 g 重で、速さ 1.7 cm/sec で 100 回摺動し、摺動中の摩擦力および摺動後の傷の有無を測定した。実施例 17～19、比較例 1 および 2 の各磁気記録媒体の摩擦係数の変化を下記の表 5 に示す。

(以下余白)

表5

試料	摩 擦 係 数 (摺動回数, pass)					
	2	5	10	20	50	100
実17	0.23	0.23	0.23	0.25	0.28	0.30
18	0.25	0.25	0.25	0.27	0.30	0.35
19	0.13	0.20	0.25	0.27	0.29	0.32
比 1	0.30	0.40	--	--	--	--
2	0.35	0.45	--	--	--	--

(注) 表中の--は測定不能を示す。「実」は実施例、「比」は比較例を意味する。

また、100回摺動後の傷の程度は、実施例17の磁気記録媒体で摺動部に1本のスジ状の傷、実施例18の磁気記録媒体で摺動部に1本のスジ状の傷と別の小さな傷、実施例19の磁気記録媒体で摺動部に3本のスジ状の傷が確認された。一方、比較例1および2の磁気記録媒体は両方とも摺動回数10回で磁性層が剝離し、摩擦係数の測定自体も不可能となった。

以上の結果から、本発明により得られる磁気記録媒体は走行性および機械的耐久性に優れていることが理解できる。

実施例20～22に記載された条件と同じ条件で、ただし真空蒸着時に用いる強磁性体インゴットの組成を変更し、 $(\text{Ni}_{1-x}\text{Co}_x)$ -ポリエチレン膜で $x=0.8, 1.0$ のものを作製した。膜中の炭素濃度は5at%であった。

実施例23～29

実施例20～22に記載された条件と同じ条件で、ただし、強磁性金属をNiとし、ポリマの蒸着レートを変化させ、磁性層中の炭素濃度が2, 4, 6, 8, 10, 20, 30at%のものを作製した。

比較例5～8

実施例23～29と同じ条件で、ただし、ポリマの蒸着レートを変化させ、炭素濃度が0.5, 1, 4, 0, 80at%のものを作製した。

実施例20～22および比較例3～4で得られた磁気記録媒体の磁気特性を試料振動型磁力計で測定した。結果を下記の表6に示す。

実施例20～22

第7図に示す真空蒸着装置を用い、以下に示す条件でNiCo合金とポリエチレンの同時真空蒸着法により、 (NiCo) -ポリエチレン膜を作製した。

1. 強磁性体: NiCo合金
2. ポリマ: ポリエチレン (平均分子量1000)
3. 基板: ガラス
4. 基板温度: 150℃
5. 蒸着レート: NiCo 20Å/sec
ポリエチレン 1.0Å/sec
6. 真空度: 到達真空度 5.0×10^{-7} Torr
蒸着中 $1.0 \sim 2.0 \times 10^{-5}$ Torr

NiCoは電子銃加熱により、ポリエチレンは底床加熱により真空蒸着した。また、蒸着に用いるNiCo合金の組成を変化させることにより、 $(\text{Ni}_{1-x}\text{Co}_x)$ -ポリエチレン膜で $x=0.2, 0.4, 0.8$ のものを作製した。炭素濃度は5at%であった。

比較例3および4

表6

試料	x	飽和磁化 (G)	保磁力 (Oe)		角 形 比	
			μ	ρ	μ	ρ
実20	0.2	400	510	80	0.2	0.08
実21	0.4	550	450	75	0.18	0.05
実22	0.8	750	410	70	0.16	0.04
比 3	0.8	1000	100	55	0.09	0.03
比 4	1.0	1200	80	50	0.05	0.07

(注) 表中の「実」および「比」はそれぞれ「実施例」および「比較例」を意味する。また、「x」は $\text{Ni}_{1-x}\text{Fe}_x$ におけるxである。

同様に、実施例23～29および比較例5～8で得られた磁気記録媒体の磁気特性を試料振動型磁力計で測定した。結果を下記の表7に示す。

(以下余白)

表7

試料	炭素濃度	飽和磁化 (G)	保磁力 (Oe)		角 形 比	
			△	▽	△	▽
実23	2	420	400	50	0.18	0.08
実24	4	400	440	70	0.20	0.07
実25	6	380	500	80	0.22	0.08
実26	8	320	460	75	0.20	0.08
実27	10	250	440	70	0.19	0.07
実28	20	220	420	65	0.18	0.07
実29	30	200	400	50	0.17	0.06
比5	0.5	478	100	20	0.01	0.02
比6	1	465	150	40	0.05	0.03
比7	40	150	200	50	0.06	0.04
比8	60	---	---	---	---	---

(注) 表中の「実」および「比」はそれぞれ「実施例」および「比較例」を意味する。炭素濃度の単位はat%である。

前記の表8および表7に示された結果から明らかなように、Ni含有量が30at%以上のものを用い、磁性層中の炭素濃度を2at%以上30at%以下にすることにより磁気記録媒体としてふさわしい保磁力を有する磁気記録媒体が得られる。

実施例30~43

真空蒸着し、ポリエチレンは抵抗加熱により真空蒸着した。

実施例44~48

強磁性体としてNiCo(インゴットとして90wt% Ni-10wt% Co)合金を使用し、中間層形成物質としてTi, Ta, Sc, Cu, NiCoを使用し、それ以外は実施例30と同じ条件で磁気記録媒体を作製した。

比較例9

中間層を設けない以外は実施例30と同じ条件で、基板上にNi-ポリエチレン膜を直接成膜し、磁気記録媒体を作製した。

比較例10

中間層を設けない以外は実施例44と同じ条件で、基板上にNiCo-ポリエチレン膜を直接成膜し、磁気記録媒体を作製した。

実施例30~43および比較例9で作製した磁気記録媒体の磁気特性を試料振動型磁力計(YSM)で測定した。結果を下記の表8に要約して示す。

第9図に示す真空蒸着装置を用い、中間層の形成物質としてTa, Sc, Zr, Ti, Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt, Cu, Ag, Au, Niを使用し、中間層の上にNiとポリエチレンを同時真空蒸着し、Ni-ポリエチレン膜を作製した。以下に成膜条件を示す。

1.強磁性体: Ni

2.ポリマー: ポリエチレン

3.中間層形成物質: Ta, Sc, Zr, Ti,

Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt, Cu, Ag, Au, Ni

4.基板: ポリイミド(厚さ: 50μm)

5.基板温度: 室温

6.蒸着レート: 中間層 20Å/sec

Ni 20Å/sec

ポリマー 1.0Å/sec

7.真空度: 中間層形成時 5.0×10⁻⁸ Torr

Ni-ポリエチレン膜形成時

1.0~2.0×10⁻⁵ Torr

Niおよび中間層形成物質は電子線加熱により

表8

試料	中間層材料	飽和磁化 (G)	垂直方向保磁力 (Oe)	面内方向保磁力 (Oe)
実30	Ti	300	400	100
実31	Sc	290	350	80
実32	Zr	295	320	90
実33	Ta	305	400	90
実34	Ru	290	370	80
実35	Rh	295	350	70
実36	Pd	290	360	70
実37	Os	300	380	80
実38	Ir	305	370	90
実39	Pt	300	380	80
実40	Cu	290	390	90
実41	Ag	295	370	100
実42	Au	300	370	100
実43	Ni	400	280	200
比9	--	300	200	150

(注) 表中の「実」および「比」はそれぞれ「実施例」および「比較例」を意味する。

表8に示された結果から明らかなように、中間層が設けられた磁気記録媒体は垂直方向の保磁力が大きくなり、磁気記録媒体としての特性が向上されている。中間層としてNiを用いたものはNiが面内磁化膜であるため、面内の保磁力が大きくなるが、垂直方向の保磁力は大きくなってい

ることから、磁気記録層自体の磁気特性は改善されている。

実施例44～48および比較例10で得られた磁気記録媒体の磁気特性を前記と同様に測定した。測定結果を下記の表9に示す。

表9

試料	中間層材料	飽和磁化力 (G)	垂直方向保磁力 (Oe)	面内方向保磁力 (Oe)
実44	Ti	405	350	50
実45	Ta	410	320	40
実46	Sc	380	370	60
実47	Cu	330	380	55
実48	NiCo	450	250	200
比10	--	400	100	90

表4に示された結果から明らかなように、NiCo-ポリエチレン磁性層の下部に中間層が設けられた磁気記録媒体は垂直方向の保磁力が大きくなり、磁気記録媒体としての特性が向上されている。中間層としてNiCo合金を用いたものはNiCo合金が面内磁化膜であるため、面内の保磁力が大きくなるが、垂直方向の保磁力は大きく

なっていることから、磁気記録層自体の磁気特性は改善されている。

以上の結果から、特定の物質からなる中間層を基板上に設け、この上に強磁性体とポリマーとの同時蒸着磁性層を形成させると、強磁性体の結晶成長が促進され、垂直磁気特性に優れた磁気記録媒体が得られることが理解される。

実施例49～53

第10図に示した真空蒸着装置を用い、以下に示した条件でポリエチレンテフタレート (PET) 基板 (厚さ $20\mu\text{m}$, サイズ $10\text{cm} \times 1\text{cm}$) 上に、Ni-ポリエチレン垂直磁化膜を厚さ $0.2\mu\text{m}$ 形成し、その上に連続して固体保護層を厚さ 200\AA 形成した。固体保護層としては、ホウ素、窒化ホウ素、酸化ニッケル、窒化ニッケルおよび酸化ケイ素 (順に実施例30～34) を形成した。窒化物、酸化物は、チッソガス雰囲気中、酸素ガス雰囲気中で蒸着することにより作製した。この上にディップ法でステアリン酸カルシウムの脂肪酸蒸着層を 50\AA 形成した。

作製条件

(I) Ni-ポリエチレン垂直磁化膜

(1) 蒸着レート: Ni $20\text{\AA}/\text{sec}$
 ポリエチレン $1.0\text{\AA}/\text{sec}$

(2) 真空度: $1.0 \times 10^{-5} \text{ Torr}$

(3) 基板温度: 室温

(II) 固体保護層

(1) 蒸着レート: $5\text{\AA}/\text{sec}$

(2) 真空度: $5.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$

(酸素ガス雰囲気するとき、酸素分圧:

$5.0 \times 10^{-5} \text{ Torr}$)

(チッソガス雰囲気するとき、チッソ分圧:

$5.0 \times 10^{-5} \text{ Torr}$)

(3) 基板温度: 室温

実施例54

第11図に示したプラズマ重合装置を用い、実施例49に示した条件で作製したNi-ポリエチレン垂直磁化膜上にプラズマ重合法でカーボン膜を 200\AA 形成し、その上にディップ法でステアリン酸カルシウムの脂肪酸蒸着層を 50\AA 形成した。

プラズマ重合条件

(1) ガス圧: 10mTorr

(2) ガス種: エチレン

(3) ガス流量: 1 sccm

(4) 投入電力: 1 W/cm^2

実施例55～59

実施例49で作製したNi-ポリエチレン垂直磁化膜上にB保護膜を形成した上に、脂肪酸蒸着層を真空蒸着法により 50\AA 形成した。

脂肪酸蒸着層としては、ステアリン酸、ステアリンアルコール、ステアリンアミド、ステアリン酸カルシウムおよびステアリン酸とブチルアルコールとのエステル (ステアリン酸ブチル) を使用した。

比較例11～18

実施例49～53で作製したNi-ポリエチレン垂直磁化膜上に各固体保護層のみを形成しただけの磁気記録媒体を作製した。

比較例17

実施例49～53で作製したNi-ポリエチレン

ン垂直磁化膜上に固体保護層は設けず、ステアリン酸カルシウム潤滑層をディップ法で形成しただけの磁気記録媒体を製作した。

比較例 18

非磁性基体上にN i - ポリエチレン垂直磁化膜のみを有する磁気記録媒体を製作した。

前記の実施例4 9 ~ 5 9 および比較例 1 1 ~ 1 8 で得られた各磁気記録媒体に、φ 4 のステンレス製ピン（表面粗さ# 2 0 0 0 の研磨材で研削）を荷重 2 g で押付け、摺動速度 1 . 8 cm/sec で 1 0 0 回往復摺動し、その間の摩擦係数および 1 0 0 回摺動後の表面の傷について調べた。結果を下記の表 1 0 に示す。なお、摩擦係数のデータ中の「—」は膜が剥離し、測定不能となったことを示す。

(以下余白)

表 1 0

試料	固着 層	固着 層	固着 層	固着 層	摩 擦 係 数 (摺動回数, pass)										
					2	5	10	20	50	100	200	500	1000	2000	5000
実施例 49	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
50	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
51	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
52	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
53	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
54	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
55	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
56	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
57	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
58	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
59	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
比較例 11	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.30	0.32	0.35	0.40	0.42	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44
12	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.40	0.42	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44
13	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.35	0.38	0.42	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44
14	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.35	0.38	0.42	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44
15	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.31	0.33	0.35	0.35	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
16	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.35	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38
17	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.35	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38
18	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.30	0.32	0.35	0.40	0.42	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44

表 1 0 に示された結果から明らかなように、固体保護層を設けたときには、潤滑層を併せて設ける必要がある。

次に、実施例 4 9 ~ 5 9 および比較例 1 7 ~ 1 8 で得られた各磁気記録媒体を例外に 2 週間放置し、その後、前記と同じ摺動試験を行った。結果を下記の表 1 1 に示す。

(以下余白)

表 1 1

試料	固着 層	固着 層	固着 層	固着 層	摩 擦 係 数 (摺動回数, pass)										
					2	5	10	20	50	100	200	500	1000	2000	5000
実施例 49	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.20	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21
50	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.21	0.21	0.22	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24
51	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.22	0.22	0.24	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
52	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.22	0.22	0.24	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
53	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.22	0.22	0.24	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
54	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.23	0.23	0.25	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
55	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.23	0.23	0.25	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
56	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.24	0.24	0.26	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27
57	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.24	0.24	0.26	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27
58	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.24	0.24	0.26	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27
59	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.24	0.24	0.26	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27
比較例 17	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.35	0.37	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
18	鈣素	鈣素	鈣素	鈣素	0.40	0.45	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50

屋外に放置した比較例17および18の磁気記録媒体の表面は白く変色していた。また、この変色部をオージェ分光分析法により分析すると、Ni-Cの他に、S、C、Oが観測され、媒体が腐食されていることが確認された。この腐食は、S、C、Oについて深さ方向に分析すると、表面から200~300Åで観測されなくなることから、表面部分だけの腐食であると思われる。

一方、本発明の実施例により得られた磁気記録媒体では、表面には目視では変色は観測されなかった。

また、摺動試験を行うと、比較例の媒体では腐食部分が剝離し、摩耗粉が生じる。この摩耗粉により磁性層が剝離し、摩耗係数が試験開始後すぐに大きくなった。これに対して、本発明の実施例の媒体では摩耗係数は試験開始から終了まで殆ど変化せず、耐久性も劣化しない。

以上の結果から、実使用環境下での使用を考慮した場合、表面に固体保護層を設け、その上に潤滑剤を設けることが望ましい。

- (1) 蒸着レート: 1.0 Å/s
- (2) 真空度: $5.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$
(酸素ガス雰囲気: $5.0 \times 10^{-5} \text{ Torr}$)
(チッ素ガス雰囲気: $5.0 \times 10^{-5} \text{ Torr}$)
- (3) 基板温度: 室温

実施例8.5

実施例8.0~8.4に示した条件で予め作製したNi-ポリエチレン垂直磁化膜上に、第11図に示したプラズマ重合装置を用い、プラズマ重合法でカーボン膜を200Å形成し、その上にディップ法でフッ素系潤滑剤を50Å形成した。

プラズマ重合条件

- (1) ガス圧: 1.0 mTorr
- (2) ガス種: エチレン
- (3) ガス流量: 1 sccm
- (4) 投入電力: 1 W/cm^2

比較例1.9

実施例8.0で作製したNi-ポリエチレン垂直

実施例6.0~6.4

第10図に示した真空蒸着装置を用い、以下に示した条件でポリエチレンテレフタレート(PET)基板(厚さ20μm、サイズ10cm×1cm)上に、Ni-ポリエチレン垂直磁化膜を厚さ0.2μm形成し、その上に連続して固体保護層を厚さ200Å形成した。固体保護層としては、ボロン、チタン、チタ化ボロン、酸化ニッケルおよびチタ化ニッケル(順に、実施例4.1~4.5)を形成した。チタ化合物、酸化物は、チッ素ガス雰囲気中、酸素ガス雰囲気中で蒸着することにより作製した。この上にディップ法でパーフルオロポリエーテルのフッ素系潤滑剤を50Å形成した。

作製条件

- (I) Ni-ポリエチレン垂直磁化膜
- (1) 蒸着レート: 2.0 Å/s
ポリエチレン1.0Å/s
- (2) 真空度: $1.0 \times 10^{-5} \text{ Torr}$
- (3) 基板温度: 室温
- (II) 固体保護層

磁化膜上に固体保護層を設けず、フッ素系潤滑剤を直接形成した磁気記録媒体を作製した。

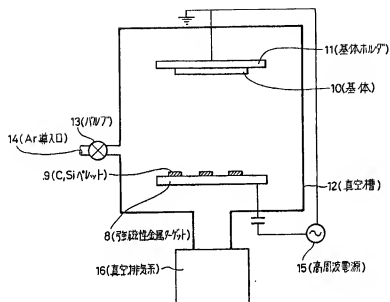
比較例2.0

非磁性基体上にNi-ポリエチレン垂直磁化膜のみを有する磁気記録媒体を作製した。

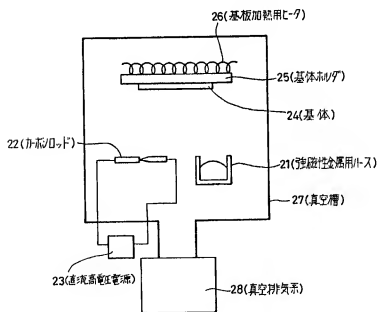
前記の実施例8.0~8.5および比較例1.9~2.0で得られた各磁気記録媒体を屋外に2週間放置し、その後、前記と同様の摺動試験を行った。測定結果を下記の表12に示す。

(以下余白)

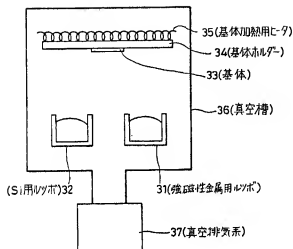
第 4 図



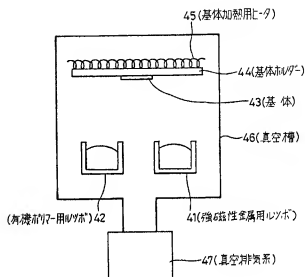
第 5 図



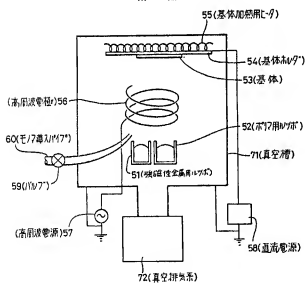
第 6 図



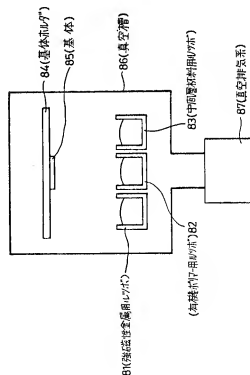
第 7 図



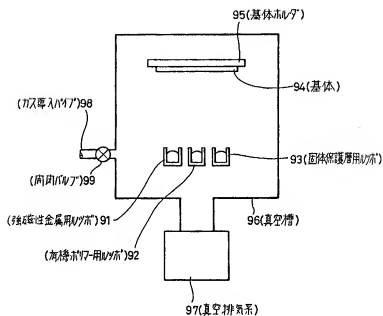
第 8 図



第 9 図



第 10 図



第 11 図

